Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/EP05/001116

International filing date: 04 February 2005 (04.02.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: DE

Number: 10 2004 005 863.6

Filing date: 05 February 2004 (05.02.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 22 April 2005 (22.04.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in

compliance with Rule 17.1(a) or (b)



BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



Berichtigungsbescheinigung

Aktenzeichen:

10 2004 005 863.6

Anmeldetag:

05. Februar 2004

Anmelder/Inhaber:

Stockhausen GmbH, 47805 Krefeld/DE;

Degussa AG, 40474 Düsseldorf/DE.

Erstanmelder: Stockhausen GmbH & Co KG,

47805 Krefeld/DE:

Degussa AG, 40474 Düsseldorf/DE

Bezeichnung: .

Reaktor mit einem einen Einsatz aufweisenden

Wärmetauscherbereich

IPC:

B 01 J 15/00

Bermerkung:

Die am 8. April 2005 fehlerhaft ausgestellte

Prioritätsbescheinigung wird durch die vorliegende Bescheinigung mit den korrekten Angaben berichtigt.

Die der Prioritätsbescheinigung vom 08. April 2005 angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 20. Juni 2005

Deutsches Patent- und Markenamt Der Präsident

Im Auftrag

Kahle

REAKTOR MIT EINEM EINEN EINSATZ AUFWEISENDEN WÄRMETAUSCHERBEREICH

5

10.

15

20

25

30

Die Erfindung betrifft einen Reaktor, ein Verfahren zur Oxidation eines Kohlenwasserstoffs unter Einsatz des Reaktors, ein oxidiertes Kohlenwasserstoff-Produkt erhältlich aus diesem Verfahren, chemische Produkte wie Fasern, Folicn, Formkörper und dergleichen basierend auf diesem oxidiertem Kohlenwasserstoff-Produkt sowie die Verwendung dieses oxidierten Kohlenwasserstoff-Produkts in derartigen chemischen Produkten.

Aus dem Stand der Technik sind eine Reihe von heterogenen Gasphasenreaktionen, insbesondere Gasphasenoxidationen, bekannt, bei denen aus Edukten in einer, zwei oder mehr Stufen das gewünschte Reaktionsprodukt erhalten wird.

Bei Gasphasenreaktionen, insbesondere bei einstufig durchgeführten Gasphasenreaktionen, ist oftmals zu beobachten, dass das Reaktionsbereich austretende Produktgas mit einem flüssigen Medium in einer sogenannten Quentscheinrichtung in Kontakt gebracht wird. Auf der Strecke zwischen der Reaktionseinheit und der Quentscheinrichtung kann es unerwünschten weiteren Reaktionen kommen, die zu einer Erhöhung der Verunreinigungen und damit in der Regel zu einer Ausbeuteminderung und höherem Aufreinigungsaufwand führen. Diese auf dieser Strecke auftretenden Reaktionen werden besonders durch zu hohe Temperaturen des aus dem Reaktionsbereich austretendem Produktgases gefördert. Daher ist es denkbar, zwischen Reaktionsbereich und Quentscheinheit einen Wärmetauscherbereich vorzusehen, in dem das aus dem Reaktionsbereich austretende Produktgas abgekühlt werden kann.

10

15

20

25

Aus ökonomischen Gesichtspunkten ist es bevorzugt, vorgenannte zwei oder mehrstufigen Reaktionen möglichst ohne aufwändige Aufarbeitung Zwischenprodukte der einzelnen Reaktionen durchzuführen. Bei einer derartigen Reaktionsführung muss jedoch sichergestellt sein, dass die aus den einzelnen Reaktionsschritten erhaltenen Produkte in möglichst unveränderter Form dem nächsten Reaktionsschritt zugeführt werden. Ein Beispiel für eine derartige mehrstufige Reaktion ist die Synthese von Acrylsäure, die üblicherweise durch einen heterogen katalysierten Gasphasenoxidationsprozess von Propylen mit Sauerstoff an einem im festen Aggregatzustand befindlichen Katalysator bei Temperaturen zwischen 200 und 450°C abläuft. In einer ersten Stufe wird Propylen mit Sauerstoff zu Acrolein bei einer Temperatur im Bereich von 300 bis 450°C umgesetzt. Das aus diesem Reaktionsbereich erhaltene Acrolein wird anschließend in einem weiteren Reaktionsbereich in Gegenwart von Sauerstoff zu Acrylsäure oxidiert. Es besteht jedoch die Gefahr, dass das in dem ersten Reaktionsbereich erhaltene Acrolein spontan verbrennt oder dass es zu einer Weiterreaktion des Acroleins zu Wasser und Kohlenstoff kommt. Bei beiden unerwünschten Reaktionen können den Betrieb des Reaktors störende Rußablagerungen entstehen. Zudem kann die Desublimation von hochsiedenden Nebenprodukten wie Maleinsäureanhydrit (MSA), Phthalsäureanhydrid (PHTA) zur Bildung von Ablagerungen führen. Um dieses zu verhindern, wird das aus dem ersten Reaktionsbereich austretende Acrolein beinhaltende Gasgemisch in einem kühlbaren Wärmetauscherbereich abgekühlt. Um die unerwünschten Weiterreaktionen des Acroleins möglichst umfassend zu vermeiden, muss die Abkühlung auf weniger als 280°C so schnell wie möglich erfolgen. Es ist weiterhin möglich, dass sich an den letzten Reaktionsbereich der zwei oder mehrstufig geführten Reaktionen ebenso wie nach dem Reaktionsbereich der einstufigen Reaktion ein kühlbarer Wärmetauscherbereich anschließt, auf den eine Quentscheinrichtung folgt.

10

25

Um die Funktion des Wärmetauscherbereichs für den großtechnischen Einsatz zu optimieren, sind als Strömungshindernisse in dem Wärmetauscherbereich verschiedene in Einzelelementen vorliegende Füllmaterialienien wie Kugeln, Ringe, Bruchstücke, Draht, Fasern, Bänder und dergleichen, insbesondere Raschigringe, empfohlen und zur Verbesserung des Wärmeübergangs offenbart.

Diese Füllmaterialienien sind jedoch nachteilhaft, da sie zum einen zu erheblichen Druckverlusten führen und weiterhin eine schnelle Ablagerung, unter anderem von Verbrennungsrückständen - nachfolgend Verkohlung genannt, beim großtechnischen Betrieb zu beobachten ist. Diese Verkohlung nimmt bei vielen Füllmaterialien bei eigentlich erwünschter hoher Wärmeableitung in nachteilhafter Weise zu.

Durch die Verkohlung der Füllmaterialien im Wärmeaustauscherbereich und des Wärmeaustauscherbereichs als solchen muss der Betrieb des Reaktors häufig zu Reinigungszwecken unterbrochen werden. Dieses ist aufgrund der Tatsache, dass der Reaktor in der Regel zeitaufwändig heruntergefahren und nach dem Stillstand, in dem die Reinigung erfolgt, wieder aufwändig hochgefahren werden muss, unerwünscht. Die daraus entstehenden umfangreichen Stillstandszeiten sind wirtschaftlich sehr nachteilig.

Allgemein liegt der Erfindung die Aufgabe zugrunde, die sich aus dem Stand der Technik ergebenden Nachteile abzumildern oder gar zu überwinden.

Insbesondere liegt eine erfindungsgemäße Aufgabe darin, das Verkohlen von Wärmetauscherbereichen bzw. in diesen Wärmetauscherbereichen vorgesehenen Füllmaterialien zu verringern.

Degussa AG Stockhausen GmbH & Co. KG

5

10

15

20

25

C.

05. Februar 2004 DG81547 HZ/fr

Eine weitere erfindungsgemäße Aufgabe liegt darin, die Stillstandszeiten von Reaktoren zu verringern.

Zudem liegt eine erfindungsgemäße Aufgabe darin, neben einer verringerten Verkohlungsneigung von Wärmetauscherbereichen bzw. der darin eingesetzten Füllmaterialienien eine möglichst hohe Wärmeabfuhr dieser Wärmeaustauscherbereiche zu erreichen.

Außerdem liegt eine erfindungsgemäße Aufgabe darin, die Bildung von unerwünschten Nebenprodukten und Folgereaktionen bei Gasphasenreaktionen zu vermindern, um so die Ausbeute zu steigern.

Nach einer anderen erfindungsgemäßen Aufgabe gilt es, den Reinigungsvorgang des Wärmetauscherbereichs bzw. der in den Wärmetauscherbereich befindlichen Füllmaterialienien zu erleichtern.

Des weiteren liegt eine erfindungsgemäße Aufgabe darin, Gasphasenreaktionsprodukte von höherer Reinheit und hoher Ausbeute zur Verfügung zu stellen, um SO den nach der Reaktion Aufreinigungsaufwand zu verringern.

Eine erfindungsgemäße Aufgabe liegt auch darin, die Bildung von Ablagerungen aus Nebenprodukten der Reaktion wie MSA oder PTHA bei der Synthese von Acrylsäure zu verringern.

Zudem besteht eine erfindungsgemäße Aufgabe darin, einen guten Wärmeübergang bei geringer Verkokung mit einer geringen Materialmenge zur erzielen.

Vorliegend werden die erfindungsgemäßen Aufgaben durch die hierin beschriebene Erfindung, insbesondere durch die Haupt- und Nebenansprüche, gelöst, wobei die Unteransprüche bevorzugte Ausführungsformen der Erfindung darstellen.

5

So betrifft die Erfindung einen Reaktor mit einander fluidleitend verbunden mindestens aufweisend:

10

- einen Reaktionsbereich,
 - wobei der Reaktionsbereich mindestens einen Feststoffkatalysator aufweist;
- einen kühlbaren Wärmetauscherbereich,

wobei der Wärmeaustauscherbereich mindestens ein Gehäuse aufweist, wobei das Gehäuse mindestens teilweise einen Einsatz aufnimmt,

15

20

25

wobei der Einsatz eine Mehrzahl von Elementen aufweist.

Als erfindungsgemäße Reaktoren kommen alle dem Fachmann bekannten Reaktoren in Betracht, die bei der Gasphasenreaktion, insbesondere bei der heterogenen Gasphasenreaktion, Einsatz finden. Hierbei handelt es sich in aller Regel um Edelstahlreaktoren, oder Schwarzstahl wie Rohrbündelreaktoren, Plattenreaktoren und dergleichen. Unter "fluidleitend leitend" wird erfindungsgemäß verstanden, dass mindestens Gase transportiert werden können, wie es beispielsweise durch Rohrleitungen ermöglicht wird.

D

Der vorzugsweise temperierbare Reaktionsbereich weist mindestens einen Feststoffkatalysator auf. Hierbei kann es sich zum einen um einen Pulverkatalysator handeln, der als Pellets geträgert oder ungeträgert als

Vollkontakt vorliegt. Gemäß einer anderen Ausführungsform kann der Reaktionsbereich auch mit dem Feststoffkatalysator an seinen Wänden beschichtet sein. Der räumlichen Ausgestaltung des Reaktionsbereichs sind keinerlei Grenzen gesetzt, sie richtet sich nach der jeweiligen Reaktionsführung. So kann der Reaktionsbereich zum einen röhrenförmig oder in Form von parallel zueinander angeordneten Platten vorliegen. Eine besondere Form der parallel zueinander vorliegenden Platten stellen sogenannte "Thermobleche" dar. Hierbei handelt es sich um Platten, die abschnittsweise miteinander verbunden sind und auf diese Weise eine kissenartige Hohlraumstruktur ergeben. Derartige Reaktoren sind in DE 101 08 380 A1 für Katalysator-beschichtete Thermobleche und in DE 100 19 381 A1 für mit Pulverkatalysator versehene Thermobleche so detailliert beschrieben, dass auf diese Offenbarung als Teil dieses Textes Bezug genommen wird.

Eine andere Gruppe von Reaktoren weist als Reaktionsbereich zwischen zwei Wänden schlitzartig ausgestaltete Reaktionsbereiche auf. Derartige Reaktoren, auch als "Schlitzreaktoren" bezeichnet, sind beispielsweise in WO 02/18042 A1 beschrieben, wobei auf diese Offenbarung ebenso als Teil dieses Textes Bezug genommen wird.

20

25

10

15

Der sich an den Reaktionsbereich anschließende kühlbare Wärmetauscherbereich weist mindestens ein Gehäuse auf, das sich vorzugsweise direkt an den Reaktionsbereich anschließt. Derartige Gehäuse können alle dem Fachmann bekannten und für die Zwecke des Wärmetausches geeigneten Formen aufweisen. Unter dieser Formenvielfalt sind zum einen Röhrenformen und zum anderen zwei im wesentlichen parallel zueinander verlaufende plattenaufweisende Gehäuse bevorzugt. Die röhrenförmigen Gehäuse werden vorzugsweise bei Reaktoren eingesetzt, deren Reaktionsbereich Röhren aufweist. Besonders bevorzugt werden die Katalysator aufweisenden Röhren des Reaktionsbereichs, vorzugsweise unter

Beibehaltung des gleichen Durchschnitts, verlängert und der Katalysator durch eine oder mehrere Einsätze in der so verlängerten Röhre ersetzt.

Für den Fall, dass eine zwar im wesentlichen parallel zueinander verlaufende Wände aufweisende Konstruktion bevorzugt ist, kann diese Gehäuse, vergleichbar mit dem Reaktionsbereich, ähnlich wie die dort definierten Thermobleche oder Schlitzreaktoren aufweisen, wobei diese keinen Katalysator sondern ein oder mehrere Einsätze aufweisen. Weiterhin ist es bevorzugt, dass der Innenraum des Gehäuses, insbesondere der Bereich des Innenraums des Gehäuses, der den Einsatz aufnimmt, möglichst biegungs- oder gar winkelfrei und bevorzugt möglichst gerade ausgebildet ist. So lässt sich der Einsatz möglichst einfach aus dem Gehäuse entfernen.

Gemäß einer bevorzugten Ausgestaltung weist der Einsatz mindestens eine der folgenden, vorzugsweise alle, nach den hierin beschriebenen Testverfahren bestimmten Eigenschaften auf:

(A) einen Wärmedruckquotienten Λ1 bei einer Leerrohrgeschwindigkeit v von 0,485 m/s von größer 1,11, vorzugsweise größer 10 und besonders bevorzugt mindestens 50 sowie darüber hinaus bevorzugt mindestens 70 W/m²/K /(mbar/m);

- (B) einen Wärmedruckquotienten A2 bei einer Leerrohrgeschwindigkeit v von 0,728 m/s von größer 1,53, vorzugsweise größer 2, darüber hinaus bevorzugt größer 12 und besonders bevorzugt mindestens 60 sowie darüber hinaus bevorzugt mindestens 90 W/m²/K/(mbar/m);
- (C) einen Wärmedruckquotienten A3 bei einer Leerrohrgeschwindigkeit v von 0,970 m/s von größer 1,81, vorzugsweise größer 3,33, darüber hinaus bevorzugt größer 14 und besonders bevorzugt mindestens 70 sowie darüber hinaus bevorzugt mindestens 110 W/m²/K/(mbar/m).

5

10

15

Degussa AG Stockhausen GmbH & Co. KG 05. Februar 2004 DG81547 HZ/fr

Jede der einzelnen Eigenschaften A, B oder C stellt für sich eine bevorzugte erfindungsgemäße Ausführungsform dar. Weitere erfindungsgemäß bevorzugte Ausführungsformen ergeben sich aus Eigenschaftskombinationen, die den nachfolgenden Buchstabenkombinationen folgen: AB, AC, BC, AC oder ABC.

5

Der Wärmedruckquotient Λ wird gebildet durch Division des Wärmedurchgangskoeffizienten k und des probenlängenbezogenen Druckverlustes Δp . Meist reicht Λ nicht über 800 W/m²/K/(mbar/m).

Gemäß einer anderen Ausbildung dieser Erfindung weist der Einsatz einen Lückengrad von mindestens 30, vorzugsweise mindestens 60 und besonders bevorzugt von mindestens 80 auf. Darüber hinaus ist ein Einsatz mit einem Lückengrad im Bereich von 90 bis 99 bevorzugt. Der Lückengrad wird durch Auslitern bestimmt.

15

10

Außerdem ist es erfindungsgemäß bevorzugt, dass im Gegensatz zu den einzeln vorliegenden Raschigringen ein Teil der Mehrzahl der Elemente eines bestimmten Einsatzes zusammenhängend, vorzugsweise einstückig, darüber hinaus bevorzugt aus ein und demselben Material, gebildet sind.

20

25

Weiterhin ist es bevorzugt, dass wenigstens ein Teil der Elemente aus einem mindestens teilweise fadenförmigen Materialien gebildet sind. Hierbei sind 2 bis 30, vorzugsweise 2 bis 15 und besonders bevorzugt 2 bis 10 Element/cm Einsatzlänge der Mehrzahl von Elementen zusammenhängend, vorzugsweise einstückig, aus dem mindestens teilweise fadenförmigen Materialien gebildet sind.

Als fadenförmige Materialien kommen grundsätzlich alle dem Fachmann bekannten Materialien in Betracht, deren Länge wesentlich größer, vorzugsweise

15

20

um das mindestens Zehnfache, bevorzugt mindestens Hundertfache und besonders bevorzugt mindestens Tausendfache länger ist als der Durchmesser dieses Materials. Als Materialien für das fadenförmige Materialien kommen sowohl Metalle, Metalllegierungen, Kunststoffe, insbesondere hochtemperaturbeständige Kunststoffe wie Kohlefasern oder poylfluorierte Kunststoffe (Teflon®) sowie keramische Materialien, insbesondere Basaltwolle, in Betracht. Bei der Auswahl geeigneter Materialien für den Einsatz für die Elemente oder das fadenförmige Materialien trifft der Fachmann die Auswahl von einzelnen Materialien oder von Materialienkombinationen danach, dass diese Materialien zum einen eine ausreichende Festigkeit des Einsatzes, eine ausreichende Chemikalienresistenz und eine befriedigende Herstellbarkeit der Einsätze ermöglichen.

Ferner ist es nach einer erfindungsgemäßen Ausführungsform bevorzugt, dass mindestens ein Teil der Mehrzahl der Elemente um eine Seele herum angeordnet sind. Hierbei ist es bevorzugt, dass mindestens ein Teil der Mehrzahl der Elemente von dieser Seele aufgenommen werden. Als Seele kommt ein Longitudinalelement in Betracht. Vorzugsweise wird die Seele aus mindestens zwei Longitudinalelementen gebildet. Die mindestens zwei Longitudinalelemente können über einen ösenartigen Bereich, vorzugsweise einstückig, miteinander verbunden sein. Die Longitudinalelemente können gleichfalls aus dem Materialien des fadenförmigen Materials gebildet sein. In der Regel wählt der Fachmann das Material für die Seele nach den gleichen Kriterien aus, wie sie im Fall des fadenförmigen Material gelten.

Es ist zudem bevorzugt, dass die Elemente von der Seele der Gestalt aufgenommen werden, dass die Elemente die Seele durchstoßen. Dieses kann nach einer erfindungsgemäß bevorzugten Ausführungsform dadurch erreicht werden, in dem mindestens zwei der Longitudinalelemente unter Ausbildung einer oder mehrerer Windungen umeinander geschlungen sind. Die so erhaltenen

Windungen nehmen mindestens eines der Elemente auf. Hierbei hat sich besonders bewährt, dass im Bereich von 1 bis 20, vorzugsweise von 4 bis 15 und besonders bevorzugt von 6 bis 10 Elemente in einer dieser Windungen aufgenommen werden, wobei in diesem Fall die Windung eine Drehung der Longitudinalelemente von 360° besitzt.

Zudem ist es bevorzugt, dass die Windungen so ausgestaltet sind, dass die Elemente von diesen Windungen so beklemmt werden, dass die Elemente in einer bestimmten Position gehalten werden, die nicht durch Einwirkung der Schwerkraft des stehenden Einsatz veränderbar ist. Weiterhin ist erfindungsgemäß bevorzugt, dass die Elemente von einer Seele aufgenommen werden, die im Vergleich zu ihrem Durchmesser deutlich, vorzugsweise um das mindestens Zehnfache, besonders bevorzugt mindestens Hundertfache und darüber hinaus bevorzugt mindestens Fünfhundertfache länger ist als ihr Durchschnitt. Eine derartig ausgestaltete Seele weist eine Längsachse auf, um die gemäß einer anderen Ausführungsform der vorliegenden Erfindung die Elemente um diese Längsachse herum gewunden, vorzugsweise helikal, angeordnet sind. Hierbei ist es bevorzugt, dass jeweils zwei bis 20, vorzugsweise von 4 bis 15 und besonders bevorzugt von 6 bis 10 Elemente einen einen ganzen Kreisbogen beschreibenden Abschnitt dieser Helix bilden. Ein vollständiger Kreisbogen der Helix liegt dann vor, wenn ein ausgehend von der Mittelachse der Seele bis zum am weitesten von dieser Mittelachse beabstandeten Punkt des Elements gebildete Linie mit der gleichen Linie eines anderen, nachfolgenden Elements übereinstimmt.

25

5

10

15

20

In einer anderen Ausbildung des Einsatzes befinden sich Elementegruppen in kranzförmiger Anordnung um eine Seele herum. Derartige Kränze weisen von zwei bis 20, vorzugsweise von 4 bis 15 und besonders bevorzugt von 6 bis 10 Elemente auf. Ferner ist es erfindungsgemäß bevorzugt, dass wenigstens ein Teil,

10

15

20

25

vorzugsweise die gesamte Mehrzahl der Elemente aus Draht bestehen. Ebenso ist es bevorzugt, dass die Seele gleichfalls aus Draht besteht. Hierbei sind Metalldrähte besonders bevorzugt. Als geeignete Metalle für diese Metalldrähte kommen Stahllegierungen, vorzugsweise Edelstahl, Messinglegierungen und Platinlegierungen in Betracht, wobei Federstahl besonders bevorzugt ist.

Ferner ist es erfindungsgemäß bevorzugt, dass der Einsatz an Innenraumquerschnitt des Gehäuses diesen Innenraumquerschnitt ausfüllt. Dieses ist beispielsweise dann gegeben, wenn bei einem rohrförmigen Gehäuse der Kreis als Innenraumquerschnitt durch die Anordnung der Elemente ausgefüllt wird, in dem ein durch Aufsicht auf die Elemente gebildeter gedachter Kreis sich mit dem durch den rohrförmigen Innenraumquerschnitt gebildeten Kreis zu mindestens 80% der durch die beiden Kreise gebildeten Fläche deckt. Bei einem eckigen Fläche Innenraum würde die eines sich daraus ergebender Innenraumquerschnitt sich mit der durch Aufsicht auf den Einsatz durch die Elemente gebildeten Umrissfläche zu mindestens 60, vorzugsweise mindestens 80% decken. 54

Es ist des weiteren bevorzugt, dass das Gehäuse einen zylindrischen Innenraum aufweist. Dieses ist insbesondere dann vorteilhaft, wenn der durch diesen Innenraum aufgenommene Einsatz ebenfalls zylinderförmig ist. Besonders bevorzugt ist es in diesem Zusammenhang, dass sich der zylindrische Innenraum und der zylinderförmige Einsatz gleichen oder dass der zylinderförmige Einsatz in seinem Kreisradius im demontierten Zustand ein wenig größer, vorzugsweise um 1 bis 30, bevorzugt von 2 bis 20 und besonders bevorzugt von 5 bis 10 % als der des zylindrischen Innenraums. Hierbei bevorzugt, dass die Kreisradiendifferenzen mit der Zunahme der Steifigkeit des Materials abnehmen. Diese Maßnahme trägt zum kraftschlüssigen Sitz des Einsatzes im Gehäuse bei.

Dieses hat den Vorteil, dass der biegbare und damit flexible Einsatz durch die Abmessungen des Gehäuses bedingt an dessen Innenwänden beklemmbar ist. Dieses bietet dem Einsatz von sich aus innerhalb des Gehäuses Halt und ermöglicht des weiteren bei Herausnahme des Einsatzes an den Innenwänden des Gehäuses anhaftende Verunreinigungen, insbesondere kohlenstoffhaltige Ablagerungen wie Ruß, zu entfernen.

In diesem Zusammenhang ist es besonders bevorzugt, dass das Gehäuse eine Innenwand aufweist, die von zumindest einem Teil der Mehrzahl der Elemente berührt wird. Diese Berührung kann der Gestalt sein, dass die Elemente zumindest geringfügig aus ihrer Position im berührungslosen Zustand außerhalb des Gehäuses weg bewegt werden. Auf diese Weise beklemmen die Elemente den Einsatz an der Innenwand des Gehäuses und führen somit dazu, dass der Einsatz nicht ohne weiteres innerhalb des Gehäuses verrutschen kann.

15

20

10

5

In der vorliegenden Erfindung können die Elemente alle dem Fachmann für die Zwecke der vorliegenden Erfindung, insbesondere der Verbesserung des Wärmeabflusses, der Gasdurchmischung und der Rußverminderung, geeigneten Elemente eingesetzt werden. Hierbei ist es bevorzugt, dass die Elemente Blatt-Schlaufenform oder Elemente mit Blattform mit Elementen Schlaufenform kombiniert werden. Als besonders bevorzugt hat sich herausgestellt. die Elemente als Schlaufen ausgebildet sind. dass erfindungsgemäßer Einsatz weist im Bereich von 1 bis 10, vorzugsweise von 1 bis 6 und besonders 1 bis 4 Elemente/cm auf.

25

Erfindungsgemäß besonders bewährt haben sich Einsätze die eine sich selbst tragende skelettartige Struktur aufweisen, die wiederum mindestens zwei Longitudinalelemente aufweist die eine im wesentlichen zentral angeordnete Seele bilden, in dem diese Longitudinalelemente umeinander gewunden sind,

10

15

20

.25

wobei diese Seele eine Vielzahl von Schlaufen aufweist, die in durch die Windungen gebildeten Öffnungen gehalten sind, wobei die eine Vielzahl der einzelnen Schlaufen sich von der Seele ausgehend in helikaler Art über die längliche Seele erstrecken. Derartige Einsätze sind beispielsweise in GB-Patent 1 570 530 offenbart, wobei diese Referenz als Teil dieser Offenbarung gilt. Weitere erfindungsgemäße bevorzugte Einsätze sowie Verfahren zu deren Herstellung sind in GB 2 097 910 A offenbart. Auch diese Referenz gilt als Teil dieser Offenbarung. Weiterhin sind besonderes bevorzugte erfindungsgemäße Einsätze der Firma Cal Gavin Ltd., England kommerziell unter der Handelsbezeichnung HiTRAN® erhältlich.

Im Zusammenhang mit der Durchführung von zwei und mehrstufigen Reaktionen ist es erfindungsgemäß bevorzugt, dass sich an den Wärmeaustauscherbereich mindestens ein weiterer Reaktionsbereich anschließt. Für den Fall, dass es sich bei diesen mehrstufigen Reaktionen um verschiedene Syntheseschritte handelt, ist es bevorzugt, dass der Katalysator im Reaktionsbereich und ein weiterer Katalysator in dem weiteren Reaktionsbereich verschieden sind. Die Auswahl des Katalysators in dem Reaktionsbereich und die des weiteren Katalysators in dem weiteren Reaktionsbereich richten sich nach den Reaktionen, die in dem Reaktionsbereichen durchgeführt werden sollen.

Die Erfindung betrifft zudem einen Reaktor, wobei der erfindungsgemäße Einsatz, vorzugsweise aus dem Wärmetauscherbereich kommend, mindestens teilweise in den Reaktionsbereich hineinreicht. In diesem Zusammenhang ist es bevorzugt, dass der Teil des Einsatzes, der in den Reaktionsbereich (2) hineinreicht, einen Katalysator beinhaltet. Der Katalysator kann zum einen als Beschichtung auf mindestens einem der Elemente vorliegen. Außerdem kann mindestens eines der Elemente aus einem Katalysatormaterial gebildet sein. So können in durch Platin katalysierten Reaktionen Elemente aus Platindraht

10

.15

. 20

25

(BAC)

eingesetzt werden. Ferner können die Elemente wegen ihrer räumlichen Ausgestaltung auch Feststoffkatalysatorteilchen tragen oder festhalten. Zudem kann der Einsatz das Eduktgas und die Reaktionsgase in dem Reaktionsbereich besser verteilen, in diesem Fall muss der Einsatz nicht mit Katalysator beschichtet sein. Es ist ausreichend, wenn der Reaktionsbereich bzw. das Gehäuse mit Katalysator beschichtet oder ausgekleidet ist.

Ferner betrifft die Erfindung einen Reaktor mit einem Reaktionsbereich aufweisend einen erfindungsgemäßen Einsatz, wobei dieser Einsatz einen Katalysator aufweist. Die hierin beschriebenen Gehäuse-Details und Formen des Katalysators gelten ebenfalls für diese Variante.

Weiterhin betrifft die Erfindung ein Verfahren zur Oxidation eines Kohlenwasserstoffs, wobei der Kohlenwasserstoff als Gas einem erfindungsgemäßen Reaktor zu einem oxidierten Kohlenwasserstoffprodukt umgesetzt wird. Als zur Oxidation eingesetzter Kohlenwasserstoff kommt vorzugsweise ein ungesättigter Kohlenwasserstoff in Betracht. Hierbei handelt es sich besonders bevorzugt um Propen. Als erfindungsgemäß bevorzugte oxidierte Kohlenwasserstoffprodukte sind Acrolein oder Acrylsäure zu nennen. Hierbei wird Acrolein in einer ersten Stufe in einem Reaktor mit einer ersten Reaktionseinheit und aus dem so erhaltenen Acrolein in einer weiteren Reaktionseinheit Acrylsäure erhalten.

Im Zusammenhang mit geeigneten Katalysatoren, üblichen Reaktoren, Reaktionsbedingungen und Aufreinigungsmethoden bei der Herstellung von Acrolein und Acrylsäure wird auf "Stets Geforscht", Band 2, Chemieforschung im Degussa-Forschungszentrum Wolfgang 1988, Seite 108-126, Kapitel "Acrolein und Derivate" D. Arntz und Ewald Noll verwiesen, wobei auf diesen Inhalt als Teil dieser Offenbarung Bezug genommen wird.

15

20

25

Zudem betrifft die Erfindung Fasern, Folien, Formkörper, Lebensmittel- oder Futterzusatzstoffe, Arzneimittel, Kosmetika, Schäume, Superabsorber, Papier-Leder oder Textilhilfsmittel, beinhaltend oder basierend auf einem erfindungsgemäßen oxidierten Kohlenwasserstoffprodukt, vorzugsweise Acrylsäure.

Ferner betrifft die Erfindung die Verwendung eines oxidierten Kohlenwasserstoffprodukts, vorzugsweise Acrylsäure, in oder für Fasern, Folien, Formkörpern, Lebensmittel- oder Futterzusatzstoffe, Arzneimittel, Kosmetika, Schäume, Superabsorber, Papier-, Leder oder Textilhilfsmittel.

Im Zusammenhang mit Superabsorber, deren Herstellung, Zusammensetzung, Eigenschaften und Verwendung wird auf "Modern superabsorbent polymer technology", Fredrick L. Buchholz, Andrew T. Graham, Viley-VCH, 1998, verwiesen.

Die Erfindung wird nachfolgend durch nicht limitierende Zeichnungen näher erläutert.

Fig. 1 zeigt die schematische Darstellung eines erfindungsgemäßen Einsatzes,

Fig. 2 zeigt die schematische Darstellung eines erfindungsgemäßen Gehäuses mit einen erfindungsgemäßen Einsatz,

Fig. 3 zeigt die Aufsicht auf ein erfindungsgemäßes Gehäuse, das einen erfindungsgemäßen Einsatz aufweist,

25

Fig. 4 zeigt eine schematische Darstellung eines Teils eines erfindungsgemäßen Reaktors,

Fig. 5 zeigt eine schematische Darstellung einer anderen Ausführungsform eines erfindungsgemäßen Gehäuses,

Fig. 6 zeigt ein schematische Darstellung einer weiteren Ausführungsform eines erfindungsgemäßen Gehäuses,

Fig. 7 zeigt eine schematische Darstellung einer anderen Ausführungsform eines erfindungsgemäßen Gehäuses,

Fig. 8 zeigt eine schematische Darstellung eines in einem Reaktor angeordneten erfindungsgemäßen Gehäuses,

Fig. 9 zeigt eine diagrammartige Darstellung eines erfindungsgemäßen Reaktors mit sich daran anschließender Quentsch-, Reinigungs- und Polymerisationseinheit,

20 Fig. 10 zeigt eine Skizze zum Aufbau der Messvorrichtung zur Auswahl erfindungsgemäß geeigneter Einsätze

Fig. 11 zeigt eine schematische Darstellung von einer anderen Ausführungsform eines Gehäuses im Querschnitt.

Figur 1 stellt eine bevorzugte Ausführungsform eines erfindungsgemäßen Einsatzes 6 als Ausschnitt dar. Dieser weist eine Seele 9 auf, die aus zwei umeinander gewunden Longitudinalelementen 10, die aus Metalldraht bestehen, gebildet ist. Durch das Verzwirbeln der Longitudinalelemente 10 entstehen in der

10

15

20

Seele 9 Windungen 11, die die Elemente 7 in Ausnehmungen 17 aufnehmen. Dadurch, dass die Elemente 7 aus einem fadenförmigen Material 8, vorliegend ebenfalls einem Metalldraht, werden die Elemente 7 durch die Windungen 11 in der Seele 9 gehalten. Die Windungen 11 und die Führung des fadenförmigen Materials 8 sind so ausgestaltet, dass die Elemente 7 in Form von Schlaufen von der durch die Seele 9 gebildeten zentralen Längsachse 16 abgespreizt werden, wobei sich ein Winkel ß zwischen Längsachse 16 und einer ausgehend von der Längsachse 16 sich in Aufsicht auf das Element 7 in seiner größten Flächenausdehnung bildende Elementfläche 18 an der längsten Strecke, gesehen von der Längsachse 16, schneidenden Elementachse 19 im Bereich von 45 bis 135° beträgt. Die Elemente 7 sind bedingt durch die Aufnahmen von ein oder mehreren Elementen 7 in den Ausnehmungen 17 der Windungen 11 durch das gegeneinander Verdrehen der Longitudinalelemente 10 wendeltreppenartig um die Seele 9 herum unter Ausbildung einer Element-Helix angeordnet. Die "Dichte" als Anzahl der Elemente pro gegebener Länge des Einsatzes 6 und der Lückengrad kann zum einen durch die Aufnahme von mehr Elementen 7 in den jeweiligen Windungen 11 oder durch stärkeres gegeneinander Verdrehen der die Seele 9 bildenden Longitudinalelemente 10 oder einer Kombination dieser Maßnahmen erhöht werden. Durch für diese Ausführungsform des Einsatzes 6 beschriebene Ausgestaltung wird erreicht, dass eine Mehrzahl von Elementen 7 zu einer Einheit verbunden sind und ein Einsatz 6 von einer sich selbst tragenden Steifigkeit erhalten wird, der den in einem Gehäuse 5 herrschenden Strömungsverhältnissen ausreichend stand hält.

In Figur 2 ist eine Ausführungsform eines Gehäuses 5 abgebildet, das einen in Figur 1 beschriebenen Einsatz 6 aufweist. Der durch die Innwand 14 des Gehäuses 5 gebildete Innenraum 13 ist durch den Einsatz 6 so ausgefüllt, dass über Berührung von Bereichen der Elemente 7 mit der Innenwand 14 der Einsatz 6 kraftschlüssig in den Innenraum 13 des Gehäuses 5 eingepasst ist. Durch diese

15

20

25

Maßnahme wird zum einen das Verrutschen des Einsatzes 6 in dem Gehäuse 5 erschwert und zum anderen beim Herausnehmen des Einsatzes 6 aus dem Gehäuse 5 auf der Innenwand 14 anhaftende Ablagerungen 20 wie Ruß mindestens teilweise abgetragen werden können. Zur Wärmeabfuhr weist das Gehäuse 5 optional Kühlelemente 21 an seiner Außenwand 22 auf. Der in Figur 2 dargestellte Aufbau kann ebenso in Reaktoren verwendet werden, die einen Katalysator aufweisenden Einsatz beinhalten.

Figur 3 zeigt einen Querschnitt durch ein einen Einsatz 6 aufweisendes Gehäuse 5. Das Gehäuse weist einen Innenraum 13 mit einem Innenraumdurchmesser ID auf. An die Innenwand 14 des Gehäuses 5 angrenzend sind zwei schlaufenförmige Elemente 7 und 7′ abgebildet, die von zwei Longitudinalelementen 10 der mittig in dem Innraum 13 angeordneten Seele 9 gehalten werden. Die Elemente 7 und 7′sind aus Metalldraht als fadenförmiges Material 8 ausgebildet, wobei das fadenförmige Material 8 durch die zwei Longitudinalelemente 10 beklemmt verläuft. Die beiden Elemente 7 und 7′weisen jeweils eine durch Schraffierung angedeutete, Elementfläche 18 und 18′auf, die mittig von der zentralen Längsachse 16 ausgehenden Elementachsen 19 und 19′auf gleiche weise geteilt werden. Die beiden Elementachsen 19 und 19′schließen einen Winkel α ein, der im Bereich von 5 bis 180 vorzugsweise im Bereich von 10 bis 130 und besonders bevorzugt von 30 bis 100° liegt.

Der Bereich, an denen die Elemente 7 nach Montage in dem Gehäuse 5 an der Innenwand 14 des Gehäuses 5 anliegen weist einen Anliegedurchmesser AD auf. Es ist bevorzugt, dass der ID größer ist als der AD. Weiterhin Beträgt der AD vorzugsweise 10 bis 90, bevorzugt 20 bis 70 % des ID und liegt darüber hinaus bevorzugt im Bereich von 25 bis 50 % des ID.

15

20

In Figur 4 ist ein Ausschnitt aus einem Reaktor 1 mit einem Reaktionsbereich 2 und einem Wärmeaustauscherbereich 3 abgebildet. Der Reaktor 1 weist eine Reaktorplatte 23 mit einer Vielzahl von Bohrungen 24 auf, durch die ein Eduktgas 25 dem Feststoffkatalysator 3, der sowohl als Katalysatorpellets als auch als Schichtkatalysator vorliegen kann, zugeführt wird. An dem Katalysator 3 kommt es zu einer chemischen Reaktion, wobei ein heißes Produktgas 26 in ein Gehäuse 5 eingeleitet wird, das es als gekühltes Produktgas 27 verlässt. Diese Kühlung wird dadurch begünstigt, dass in dem Gehäuse 5 ein Einsatz 6 eingebaut ist, den das heiße Produktgas durchströmt und an dem das heiße Produktgas durchwirbelt wird. Die dabei an das Gehäuse 5 abgegebene Wärme wird über an der Außenwand 22 des Gehäuses 5 angebrachte optional Kühlelemente 21 durch Vorbeileiten eines Kühlmittelstroms 28 abgeführt.

In Figur 5 ist ein Gehäuse 5 abgebildet, in dem der Innenraum 13 einen linsenförmigen Innenraumquerschnitt 12 aufweist. Weiterhin ist der Innenraum 13 dadurch gestaltet, dass zwei parallel aufeinander gefügte als Bleche ausgeführte Platten entlang parallel zueinander verlaufender im wesentlichen geradlinige und unterberechungsfreie Linien über Schweißnähte 30 als Verbeindungesbereich miteinander verbunden sind, wobei die Schweißnähte 30 vorzugsweise nicht unterbrochen sind. Der durch den Innenraum 13 eines solchen Gehäuses 5 aufgenommene Einsatz 6 weist ebenfalls einen linsenförmigen Querschnitt auf.

In Figur 6 ist eine andere Ausgestaltung eines erfindungsgemäßen Gehäuses 5 dargestellt. Hierbei sind zwei als Bleche ausgeführte, im wesentlichen parallel zueinander angeordnete Platten 29 an verschiedenen, vorzugsweise versetzt zueinander angeordneten Verbindungspunkten 31 miteinander verschweißt. Der Innenraum 13 weist einen zwischen zwei Verbindungspunkten 31 gebildeten Innenraumquerschnitt 12 in linsenartiger Form auf. Die zwischen den Verbindungspunkten 31 liegenden den Innenraum 13 des Gehäuses 5 bildenden

Bereiche sind kissenartig ausgebildet. Dieser so ausgebildete Innenraum 13 kann einen Einsatz 6 aufnehmen.

Figur 7 ist eine besondere Ausgestaltung des in Figur 6 abgebildeten Gehäuses 5 und unterscheidet sich von diesem dadurch, dass anstelle der Verbindungspunkte 31 länglich ausgebildete Verbindungsbereiche 32 zur Verbindung der beiden Platten 29 mit Unterbrechungen entlang einer gedachten Linie angeordnet sind. So wird ein röhrenartiger Innenraum 13 mit einem linsenförmigen Innenraumquerschnitt 12 jeweils zwischen zwei Verbindungsbereichen 32 erhalten, der einen Einsatz 6 aufnehmen kann.

Das in Figur 8 abgebildete Gehäuse 5 weist gleichfalls eine Mehrzahl von im wesentlichen parallel zueinander angeordneten Platten 29 auf, die an Haltebereichen 33 gehalten und über eine Haltewand 34 zueinander beabstandet werden, so dass ein Innenraum 13 entsteht, der einen Innenraumquerschnitt 12 aufweist, der ausreichend ist, um die Einsätze 6 aufzunehmen. Damit die Einsätze 6 ortsfest in dem Innenraum 13 angeordnet sind, weisen die Platten 29 Ausbuchtungen 35 auf, die sich der Querschnittsform des Einsatz 6 teilweise durch Rundungen annähern.

· 20

25

5

10

15

In Figur 9 ist ein Reaktor 1 dargestellt, in den über eine Eduktgaszuführung 37 Eduktgas eingetragen wird, das zunächst einem von einer Vielzahl nicht gezeigter jedoch identisch ausgelegter Reaktionsbereiche mit Feststoffkatalysator zur Reaktion zugeführt wird und das so entstandene Reaktionsprodukt einem Wärmeaustauscherbereich 4 mit einem Gehäuse 5, dass einen Einsatz 6 aufweist, zugeführt. Das in dem Wärmetauscherbereich 4 abgekühlte Produktgas wird in einem weiteren Reaktionsbereich 15, der einen weiteren Katalysator 42 aufweist, zu einem weiteren Produkt umgesetzt, dass ebenfalls gasförmig einem weiteren Wärmetauscherbereich 36, ebenfalls ausgestattet mit einem Gehäuse 5, der einen

10

15

20

25

13.5

Einsatz aufweist, zugeführt wird. Das. optional in dem weiteren Wärmeaustauscherbereich 36 abgekühlte, Produktgas wird über die Produktgasabführung 38 einer Quentscheinrichtung 39 zugeführt. Als Quentscheinrichtung 39 sind insbesondere Vorrichtungen bevorzugt, in denen das Produktgas mit einer Flüssigkeit wie Wasser oder über 100°C siedendes oder siedende Lösemittel in Kontakt gebracht wird. Die in der Quentscheinrichtung 39 erhaltene das Produkt beinhaltende flüssige Phase wird zur weiteren Aufarbeitung einem Aufreinigungsbereich 40 zugeführt. Als Aufreinigungsbereich 40 kommen Destillations-, Kristallisationsvorrichtungen für sich oder eine Kombination aus Destillations- und Kristallisationsvorrichtungen in Betracht. Für den Fall, dass das so erhaltene aufgereinigte Produkt, beispielsweise Acrylsäure, Weiterverarbeitung, insbesondere einer Polymerisation, beispielsweise Herstellung eines Superabsorbers unterzogen werden soll, wird das imAufreinigungsbereich 40 erhaltene gereinigte Produkt einem Polymerisationsbereich 41 zugeführt. Der Polymerisationsbereich 41 kann sowohl in einem räumlichen Zusammenhang mit dem Aufreinigungsbereich 40, dem Aufreinigungsbereich 40 und der Quentscheinrichtung 39 oder Aufreinigungsbereich 40, der Quentscheinrichtung 39 und Reaktor 1 stehen. Ein derartiger räumlicher Zusammenhang ist insbesondere dann gegeben, wenn die Anordnung an einem Produktionsstandort erfolgt.

In Figur 11 ist eine Kombination von zwei als Thermoblechen gebildeten Gehäusen 5 gezeigt, die in ihren von Haltewänden 34 begrenzten, als eigentliches Gehäuse 5 fungierenden Zwischenräumen 59 Einsätze 6 und/oder Katalysator 3 aufweisen. Die Zwischenräume 59 sind wellspaltförmig ausgebildet und können entweder mit heißem Produktgas 26 bei Kühlung mit Kühlmittel 28 oder im Fall einer Reaktion mit Eduktgas 25 durchströmt werden. Außerdem könne zwei oder mehrere Einsätze 6 durch eine Einsatzverbindung 60 zu Einsatzmodulen 61

zusammengefasst werden, was die Handhabung größerer Einsatzzahlen erleichtert.

Testverfahren

5

Allgemein sollte bei dem Testverfahren zur Auswahl erfindungsgemäß geeigneter Einsätze beachtet werden, dass die Gestalt des Querschnitts des Hüllrohrs 43 der Form des Querschnitts des Einsatzes entspricht und nicht größer ist als der des Gehäuses für den der Einsatz vorgesehen ist. Dieses gilt insbesondere bei Einsätzen mit federnden Elementen. Beispielsweise ist bei einem zylindrischen Einsatz ein Hüllrohr 43 mit rundem Querschnitt zu wählen. Ist der Querschnitt des Einsatzes linsenförmig, ist das Testverfahren in einem Hüllrohr 43 mit gleichfalls linsenförmigen Querschnitt durchzuführen.

20

25

15

Wie in Figur 10 dargestellt, besteht die Messvorrichtung aus einem senkrecht stehenden Hüllrohr 43, das aus einem einfachen Kohlenstoffstahl (Wärmeleitfähigkeit ca. 50 W/m K) mit einer Wandstärke von 2mm ausgebildet ist. Das Hüllrohr 43 besitzt eine Einlaufstrecke 52 und einem darauf folgendem Heizbereich 53 und Heizbereich 53, der mit meinem elektrischen Heizband 44 umwickelt ist. Die Wicklungen des Heizbands 44 liegen direkt auf der Rohraußenwand 45 des Hüllrohrs 43; so dass ein guter Wärmeübergang sichergestellt ist. Das Heizband 44 wird über eine elektrische Leistungsregelung mit Energie versorgt, wodurch dem Heizbereich 53 des Hüllrohrs 43 eine Wandtemperatur aufgeprägt wird. Das Heizband 44 besteht aus einem durchgehenden Metallgewebeband, dass in einem Wicklungsabstand von 30 mm gleichmäßig im Heizbereich 54 auf das Hüllrohr 43 gewickelt ist. Das Heizband 44 besitzt eine Nennleistung von 60 W bei einer Anschlussspannung von 27 Volt. Unterhalb des Heizbereichs 53 erstreckt sich das Hüllrohr 43 um weitere 100 mm ohne eine Heizbandwicklung 44. Der Heizbereich 53 weist eine Probenkammer

15

20

57 zur Aufnahme einer Probe 48 mit einer Probenlänge PL auf. Die Länge des Heizbereichs 53 und PL sind gleich. Die Einlaufstrecke besitzt die 4-Fache Länge von PL. An den dem Heizbereich 53 des Hüllrohrs 43 gegenüberliegenden Ende des Hüllrohrs 43 ist dieses durch eine stopfenförmige Abdichtung 50 verschlossen. Gegen Wärmeverluste durch Konvektion bzw. Strahlung sind die Wicklungen des Heizbands 44 im Heizbereich 53 durch eine 150 mm dicke Isolierung aus Mineralwolle geschützt. Durch die stopfenförmige Abdichtung 50 gehalten, ist am oberen Ende des Hüllrohrs 43 eine Druckmesslanze 47 senkrecht eingesteckt. Über die Druckmesslanze 47 kann das Hüllrohr 43 mit einem Gasstrom beaufschlagt werden. Über die Anordnung von Manometern 54 in Strömungsrichtung 51 über einer Blende 49 und Manometer 54' kann der Druckverlust des durch das Füllrohr 43 bzw. durch die Probe geleiteten Gases ermittelt werden. Die Gastemperatur vor der Probe 48 (Tein) wird mittels im Rohrquerschnitt des Hüllrohrs 43 montierten Ni 100 Thermometern (TI 101), dessen Messspitze sich mittig 3 mm oberhalb der Probe 48 befindet, bestimmt. Die Gastemperatur nach der Probe 48 (TAus) wird mittels im Rohrquerschnitt des Hüllrohrs 43 montierten Ni 100 Thermometern (TI 102), dessen Messspitze sich mittig 3 mm unterhalb der Probe 48 befindet, bestimmt. Mit dem Ni 100 Thermometer (TI 103) wird die Temperatur (TWand) an der Rohraußenwand 45 im Abschnitt des Heizbereichs 53 bestimmt.

DRUCKVERLUSTBESTIMMUNG

Zur Druckverlustbestimmung Δp werden über die Manometer 54 und 54' die Drücke PG1 und PG2 bestimmt. Über den in Formel I dargestellten mathematischen Zusammenhang kann Δp berechnet werden.

Formel I

$$\Delta p = \frac{(PG2)*0,3}{(PG1-PG2)}[mbar]$$

5 WÄRMEDURCHGANGSKOEFFIZIENT

Der Wärmedurchgangskoeffizient k ergibt sich aus dem mathematischen Zusammenhang der Formeln II und III, wobei Q die Heizleitung, I die Stromstärke der elektrischen Beheizung des Heizbereichs 53, m_{Gas} der Massestrom der Luft, A_{Rohr} und ΔT_{ln} logeritmische Temperaturdifferenz nach Dubbel, Taschenbuch für den Maschinenbau, 19. Auflage, Springer Verlag Berlin 1997, ist.

Formel II

15

10

$$k = \frac{Q}{m_{Gas} A_{Rohr} \Delta T_{ln}}$$

Formel III

$$k = \frac{\mathcal{Q}}{m_{Gas} A_{Rohr}} \frac{\left(T_{wand} - T_{Ein}\right) - \left(T_{Wand} - T_{Aus}\right)}{\ln \frac{\left(T_{wand} - T_{Ein}\right)}{\left(T_{Wand} - T_{Aus}\right)}}$$

DURCHFÜHRUNG

a. Probenvorbereitung

5 Die in nachfolgender Tabelle angegebenen Proben 48 wurden in die Probenkammer 57 bei Raumtemperatur eingesetzt.

b. Druckverlustmessung

An Manometer 54 wird ein Druck von 300 mbar über eine Schwebekegeldurchflussmesser 58 angelegt. Die Druckmesslanze 47 wird auf das Hüllrohr 43 aufgesetzt und mit Stopfen 50 abgedichtet und PG2 an Manometer 54' gemessen.

15 c. Wärmedurchgangskoeffizientmessung

Die in der nachfolgenden Tabelle angegebene Leerrohrgeschwindigkeit vewerden über Ventil 56 eingestellt. Über den Heizbereich 53 wird Energie zugeführt und in Form von Wärme auf das vorbeiströmende Gas (Luft) übertragen. Die Energiemenge wird so gewählt, dass nach Erreichen eines stationären Zustands T_{Aus} 90°C beträgt. Anschießend werden T_{Ein} und T_{Wand} gemessen.

d. Verkohlung

20

Die Eignung der verschiedenen Einsätze wurde über die Häufigkeit der durch Verkohlung entstandenen Rückstände notwendigen Reinigungsarbeiten für die einzelnen Einsätze ermittelt. Diese Ergebnisse sind ebenfalls in der nachfolgenden Tabelle aufgeführt. Hierzu wird die Standzeit mit Raschigringen auf 1 gesetzt, um so die "Relative Standzeit" zu erhalten.

Tabelle

Teil I. Probencharakterisierung

| ren r. Propen | charakterisieru | ng | | • | |
|---------------|-----------------|-----------------|------------------------------------|-----------------|-----------|
| | | Druckverlust | | | |
| | | "∆p" bei | | | |
| | | Leerohrgeschw | Wärmedure | chgangskoeffi | zient |
| 1 | | indigkeiten "v" | [W/m²/K] ,, | k" bei verschie | edenen |
| Material | Lückengrad | 0,970 m/s | Leerohrgeschwindigkeiten "v" [m/s] | | |
| [-] | [%] | [mbar/m] | 0,485 m/s | 0,728 m/s | 0,970 m/s |
| a | 57,0 | 7,2 | 8 | 11 | 13 |
| b . | 94,1 | 0,5 | . 5 | 6∙ | 7 |
| C | 93,3 | 1,5 | . 1 | 3 | 5 |
| Sample A | 98,4 | 0,05 | 5 | 6 | 6 |
| Sample B | 97,7 | 0,07 | 6 | 9 | 11 |
| Sample C | 96,5 | 0,09 | 6 | 8 | 10 |
| Sample D . | 94,9 | , 0,1 | 7 | 10 | 12 |

a Raschigringschüttung

b Drahtgestrick 28mm Kreisdurchmesser, 1 m Länge (Fa. Anselm GmbH & Co. KG)

c Drahtgestrick 28mm Kreisdurchmesser u. teilw. Flachdraht, 1 m Länge (Fa. Anselm GmbH & Co. KG)

Die "Sample A bis D" Drahteinsätze mit Schlaufen mit 1 m Länge (Fa. Cal Gavin Ltd, GB)

10

5

Teil II. Standzeit und Wärmedruckquotient

| Material | Relative Standzeit | Wärmedruckquotient "Λ" [W/m²/K/(mbar/m)] bei verschiedenen Leerohrgeschwindigkeiten "v" [m/s] | | |
|----------|--------------------|---|-----------|-----------|
| [-] | . [-] | 0,485 m/s | 0,728 m/s | 0,970 m/s |
| а . | 1 | 1,1 | 1,5 | 1,8 |
| b | 0,6 | 1,0 | 12,0 | 14,0 |
| c | 0,5 | 0,7 | 2,0 | 3,3 |
| Sample A | 3 | 100,0 | 120,0 | 120,0 |
| Sample B | 2,8 | 85,7 | 128,6 | 157,1 |
| Sample C | 2,3 | 66,7 | 88,9 | 111,1 |
| Sample D | 2,1 | 70,0 | · 100,0 | 120,0 |

Degussa AG
 Stockhausen GmbH & Co. KG

 $v_{i} f_{i}^{\mu}$

05. Februar 2004 DG81547 HZ/fr

Die Einsätze nach "Sample A bis D" zeigen gegenüber den anderen Proben die besten relativen Standzeiten bei sehr geringen Druckverlusten.

ĽĢ

BEZUGSZEICHENLISTE

| | 1 | Reaktor |
|----|------|---------------------------|
| 5 | 2 | Reaktionsbereich |
| | 3 | Feststoffkatalysator |
| | 4 | Wärmetauscherbereich |
| | 5 | Gehäuse |
| | 6 | Einsatz |
| 10 | 7 | Element |
| | 8 | fadenförmiges Material |
| | . 9 | Seele |
| | 10 | Longitudinalelement |
| | . 11 | Windung |
| 15 | 12 | Innenraumquerschnitt |
| | 13 | Innenraum |
| | 14 | Innenwand |
| | 15 | weiterer Reaktionsbereich |
| | 16 | zentrale Längsachse |
| 20 | 17 | Ausnehmungen |
| | 18 | Elementfläche |
| | 19 | Elementachse |
| | 20 | Ablagerung |
| | 21 | Kühlelement |
| 25 | 22 | Außenwand |
| | 23 | Reaktorplatte |
| • | 24 | Bohrung |
| | 25 | Eduktgas |
| | 26 | heißes Produktgas |
| 30 | 27 | gekühltes Produktgas |

| | . 28 | Kühlmittel |
|----|------|--------------------------------|
| | 29 | Platten |
| | 30 | Schweißnaht |
| | 31 | Verbindungspunkt |
| 5 | 32 | Verbindungsbereich |
| | 33 | Haltebereich |
| | 34 | Haltewand |
| | 35 | Ausbuchtung |
| | 36 | weiterer Wärmeaustauschbereich |
| 10 | 37 | Eduktgaszuführung |
| | 38 | Produktgasabführung |
| | 39 | Quentscheinrichtung |
| | 40 | Aufreinigungsbereich |
| | 41 | Polymerisationsbereich |
| 15 | 42 | weiterer Katalysator |
| | 43 | Hüllrohr |
| | 44 | Heizband |
| | 45 | Rohraußenwand |
| | 46 | Isolierung |
| 20 | 47 | Druckmesslanze |
| | 48 | Probe |
| | 49 | Blende |
| | 50 | Abdichtung |
| | 51 | Strömungsrichtung |
| 25 | 52 | Einlaufstrecke |
| | 53 | Heizbereich |
| | 54 | Manometer |
| | 55 | Gaszufuhr |
| | 56 | Ventil |

Probenkammer

57

Degussa AG Stockhausen GmbH & Co. KG

05. Februar 2004 DG81547 HZ/fr

- 58 Schwebekegeldurchflussmesser59 Zwischenraum
- 60 Einsatzverbindung
- 61 Einsatzmodulen

PATENTANSPRÜCHE

- 1. Reaktor (1) miteinander fluidleitend verbunden mindestens aufweisend
- einen Reaktionsbereich (2),

wobei der Reaktionsbereich (2) mindestens einen Feststoffkatalysator (3) aufweist;

- einen kühlbaren Wärmetauscherbereich (4)
 - wobei der Wärmetauscherbereich (4) mindestens ein Gehäuse (5) aufweist,

wobei das Gehäuse (5) mindestens teilweise einen Einsatz (6) aufnimmt,

wobei der Einsatz (6) eine Mehrzahl von Elementen (7) aufweist.

15

10

5

2. Reaktor (1) nach Anspruch 1, wobei der Einsatz (6) mindestens eine der folgenden nach den hierin beschriebenen Testverfahren bestimmte Eigenschaften aufweist:

(A) einen Wärmedruckquotienten Λ1 bei einer Leerrohrgeschwindigkeit v von 0,485 m/s von größer 1,11, vorzugsweise größer 10 und besonders bevorzugt mindestens 50 sowie darüber hinaus bevorzugt mindestens 70 W/m²/K /(mbar/m);

- (B) einen Wärmedruckquotienten A2 bei einer Leerrohrgeschwindigkeit v von 0,728 m/s von größer 1,53, vorzugsweise größer 2, darüber hinaus bevorzugt größer 12 und besonders bevorzugt mindestens 60 sowie darüber hinaus bevorzugt mindestens 90 W/m²/K/(mbar/m);
- (C) einen Wärmedruckquotienten A3 bei einer Leerrohrgeschwindigkeit v von 0,970 m/s von größer 1,81, vorzugsweise größer 3,33, darüber

hinaus bevorzugt größer 14 und besonders bevorzugt mindestens 70 sowie darüber hinaus bevorzugt mindestens 110 W/m²/K/(mbar/m).

- 3. Reaktor (1) nach Anspruch 1 oder 2, wobei der Einsatz (6) ein Lückengrad von mindestens 30 besitzt.
 - 4. Reaktor (1) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Elemente (7) aus einem mindestens teilweise fadenförmigen Material (8) gebildet sind.
- 5. Reaktor (1) nach Anspruch 4, wobei mindestens zwei der Mehrzahl von Elementen (7) einstückig aus dem mindestens teilweise fadenförmigen Material (8) gebildet sind.
- 15 6. Reaktor (1) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei mindestens ein Teil der Mehrzahl der Elemente (7) um eine Seele (9) herum angeordnet sind.
- 7. Reaktor (1) nach Anspruch 6, wobei mindestens ein Teil der Mehrzahl der 20 Elemente (7) von der Seele (9) aufgenommen sind.
 - 8. Reaktor (1) nach Anspruch 6 oder 7, wobei die Seele (9) aus mindestens zwei Longitudinalelementen (10) gebildet ist.
- 25 9. Reaktor (1) nach Anspruch 8, wobei die mindestens zwei Longitudinalelemente (10) unter Ausbildung einer oder mehrer Windungen (11) umeinander geschlungen sind.

- 10. Reaktor (1) nach Anspruch 9, wobei mindestens eines der Elemente (7) in der Windung (11) aufgenommen ist.
- 11. Reaktor (1) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Mehrzahl der Elemente (7) aus Draht bestehen.
 - 12. Reaktor (1) nach einem der Ansprüche 6 bis 11, wobei die Seele (9) aus Draht besteht.
- 10 13. Reaktor (1) nach Anspruch 11 oder 12, wobei der Draht ein Metalldraht ist.
 - 14. Reaktor (1) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei der Einsatz (6) an einem Innenraumquerschnitt (12) des Gehäuses (5) diesen Innenraumquerschnitt (12) ausfüllt.
 - 15. Reaktor (1) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das Gehäuse (5) einen zylindrischen Innenraum (13) aufweist.
- 16. Reaktor (1) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei der Einsatz (6) zylinderförmig ist.
 - 17. Reaktor (1) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das Gehäuse (5) eine Innenwand (14) aufweist, die von einem Teil der Mehrzahl der Elemente (7) berührt wird.
 - 18. Reaktor (1) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei mindestens ein Teil der Mehrzahl von Elementen (7) Schlaufen sind.

- 19. Reaktor (1) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei sich an den Wärmetauscherbereich (4) mindestens ein weiterer Reaktionsbereich (15) anschließt.
- 5 20. Reaktor (1) nach Anspruch 19, wobei der Feststoffkatalysator (3) im Reaktionsbereich (2) und ein weiterer Katalysator (16) in dem weiteren Reaktionsbereich (15) verschieden sind.
- 21. Reaktor (1) nach einem der vorhergehenden Ansprüchen, wobei der Einsatz

 (6) mindestens teilweise in den Reaktionsbereich (2) hineinreicht.
 - 22. Reaktor (1) nach Anspruch 21, wobei der Teil des Einsatzes (6,) der in den Reaktionsbereich (2) hineinreicht, einen Katalysator beinhaltet.
- 15 23. Reaktor (1) mit einem Reaktionsbereich (2) aufweisend einen Einsatz (6) wie in einem der Ansprüche 2 bis 13, 16 oder 18 definiert, wobei dieser Einsatz (6) einen Katalysator aufweist.
- Verfahren zur Oxidation eines Kohlenwasserstoffs, wobei der 20 Kohlenwasserstoff als Gas in einem Reaktor nach einem der vorhergehenden Ansprüche zu einem oxidierten Kohlenwasserstoffprodukt umgesetzt wird.
 - 25. Verfahren nach Anspruch 24, wobei der Kohlenwasserstoff ungesättigt ist.
 - 26. Verfahren nach Anspruch 25, wobei der Kohlenwasserstoff Propen ist.
 - 27. Verfahren nach einem der Ansprüche 24 bis 26, wobei das oxidierte Kohlenwasserstoffprodukt Acrolein oder Acrylsäure ist.

10

- 28. Fasern, Folien, Formkörper, Lebensmittel- oder Futterzusatzstoffe, Arzneimittel, Kosmetika, Schäume, Superabsorber, Papier-, Leder- oder Textilhilfsmittel, beinhaltend oder basierend auf einem oxidierten Kohlenwasserstoffprodukt nach Anspruch 24.
- 29. Verwendung eines oxidierten Kohlenwasserstoffprodukts nach Anspruch 24 in oder für Fasern, Folien, Formkörper, Lebensmittel- oder Futterzusatzstoffe, Arzneimittel, Kosmetika, Schäume, Superabsorber, Papier-, Leder- oder Textilhilfsmittel.

A 1

ZUSAMMENFASSUNG

Die Erfindung betrifft einen Reaktor mit einander fluidleitend verbunden mindestens aufweisend:

- einen Reaktionsbereich,
 - wobei der Reaktionsbereich mindestens einen Feststoffkatalysator aufweist;
 - einen kühlbaren Wärmetauscherbereich,

wobei der Wärmeaustauscherbereich mindestens ein Gehäuse aufweist, wobei das Gehäuse mindestens teilweise einen Einsatz aufnimmt,

wobei der Einsatz eine Mehrzahl von Elementen aufweist,

ein Verfahren zur Oxidation eines Kohlenwasserstoffs unter Einsatz des Reaktors, ein oxidiertes Kohlenwasserstoff-Produkt erhältlich aus diesem Verfahren, chemische Produkte wie Fasern, Folien, Formkörper und dergleichen basierend auf diesem oxidiertem Kohlenwasserstoff-Produkt sowie die Verwendung dieses oxidierten Kohlenwasserstoff-Produkts in derartigen chemischen Produkten.

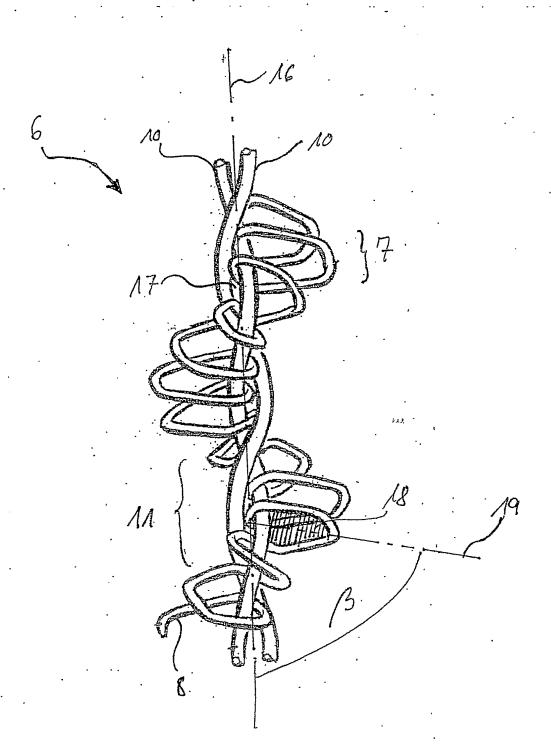
20

5

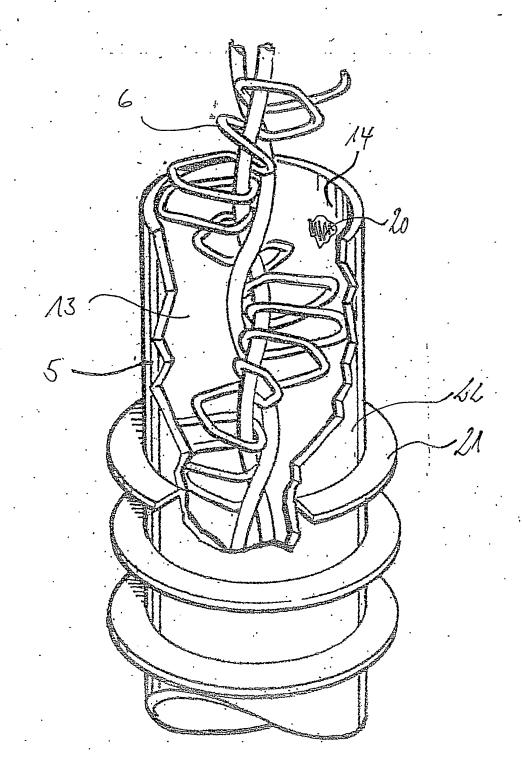
10

15

Fig. 9



£,£



, ,, e

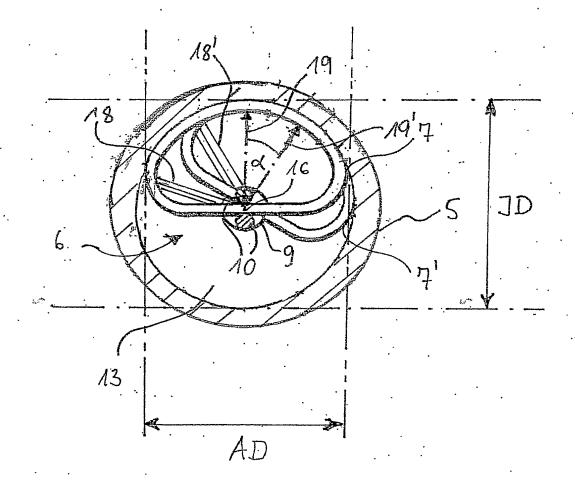
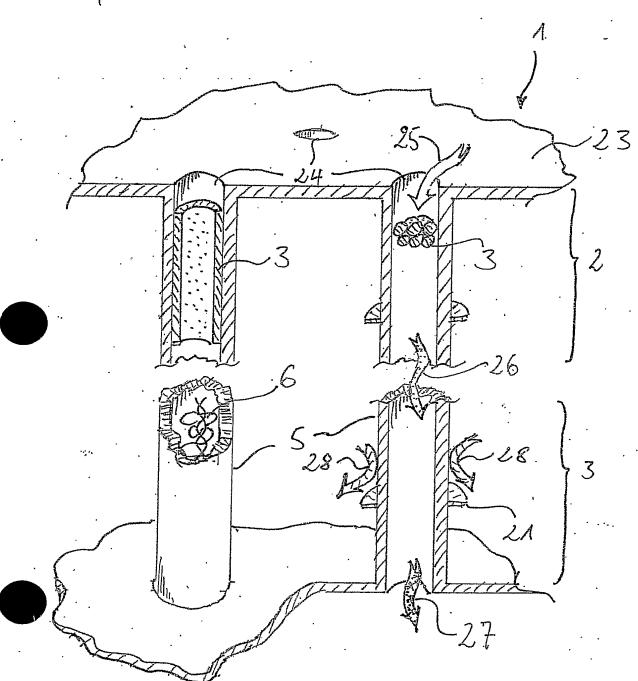


Fig. 4





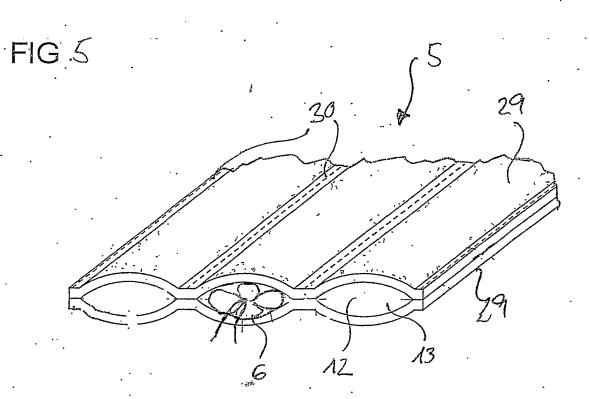
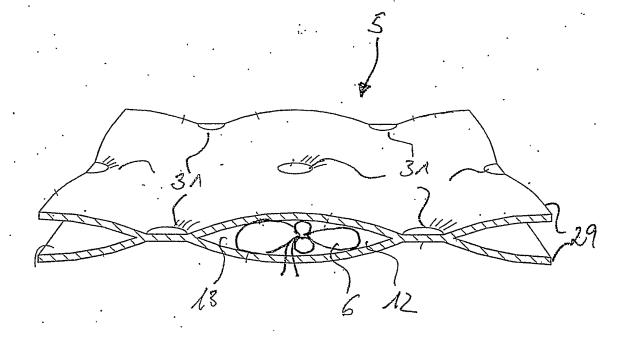
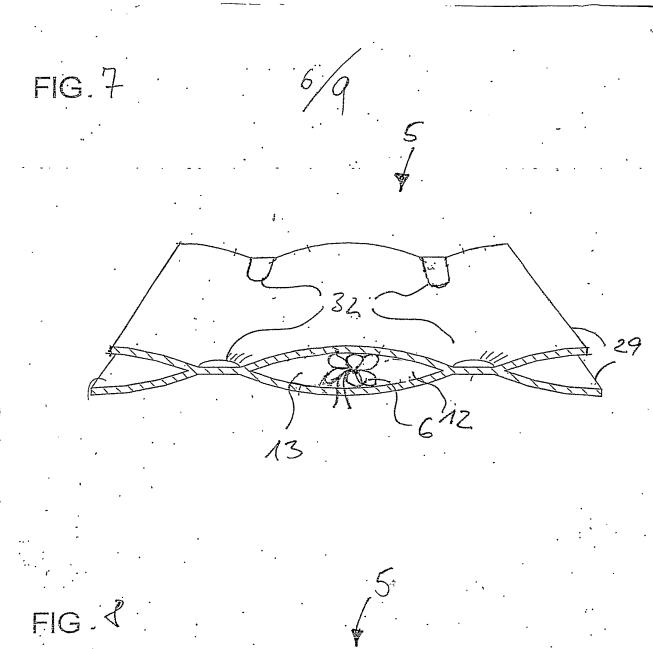
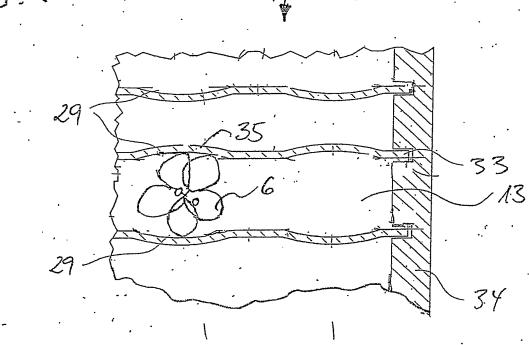
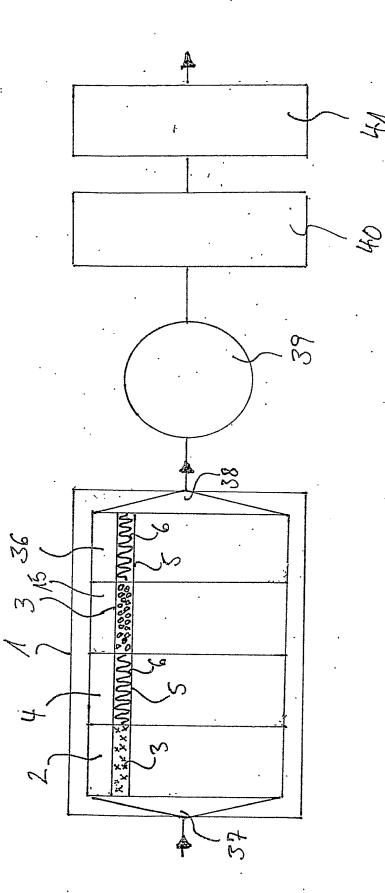


FIG.6









F19.9

4 - 8 - 4